Crystal structure of *cis*-dioxobis(2,2,6,6-tetramethyl-3,5-heptandionato)-molybdenum(VI), $C_{22}H_{38}MoO_6$

M. Nass, M. Schürmann, H. Preut* and N. Krause

Universität Dortmund, Fachbereich Chemie, Otto-Hahn-Str. 6, D-44221 Dortmund, Germany

Received March 15, 2001, CCDC-No. 1267/637

Abstract

$C_{22}H_{38}MoO_6$, monoclinic, $P12_1/n1$ (No. 14), $a = 20.962(1)$ Å, $b = 15.823(1)$ Å, $c = 33.817(1)$ Å, $\beta = 92.347(1)^\circ$, $V = 11207.1(9)$ Å³, $Z = 16$, $R_{\text{gt}}(F) = 0.052$, $wR_{\text{ref}}(F^2) = 0.099$, $T = 293$ K.

Source of material

A mixture of MoO_3 (5.76 g, 40.0 mmol) and 2,2,6,6-tetramethyl-3,5-heptandione (17.0 g, 92.0 mmol) was heated to 433 K for 4 h under slight vacuum (800 mbar) and for another 20 h under argon. After cooling to room temperature, the solid residue was washed twice with 5 ml of cold petrol ether (extracts discarded). The residue was then treated three times with 10 ml of warm diethyl ether, and the extracts were filtered through sintered glass (G4). The solvent was removed from the combined filtrates, and diethyl ether was again added to the residue. After one day, the colourless crystals of *cis*-dioxobis(2,2,6,6-tetramethyl-3,5-heptandionato)-molybdenum(VI) were filtered off over sintered glass (G4), washed with a small amount of cold petrol ether, and dried (yield: 11.1 g, 57 %; mp. 408 K).

Experimental details

All hydrogen atoms were placed in calculated positions and refined with U_{iso} constrained to be 1.5 times U_{eq} of the carrier atom.

Discussion

Cis-molybdenum(VI)-complexes of β -diketones are readily accessible from MoO_3 or sodium molybdate [1]. Whereas the simplest complex, *cis*-dioxobis(acetylacetonato)-molybdenum(VI), is rather unstable and hardly soluble in unpolar solvents, the corresponding complexes of larger aromatic or aliphatic β -diketones

(e.g., *cis*-dioxobis(2,2,6,6-tetramethyl-3,5-heptandionato)-molybdenum(VI)), are more stable and better soluble, making their application in light-sensitive layers or as fuel additive [2] possible. The crystal structure described here differs from that of other molybdenum(VI)-complexes of β -diketones [3] inasmuch as the asymmetric unit contains four slightly different molecules, i.e., two pairs of enantiomers with different arrangement of the ketoenolato ligands.

Table 1. Data collection and handling.

Crystal:	colourless parallelepiped, size 0.15 × 0.2 × 0.3 mm
Wavelength:	Mo K_{α} radiation (0.71069 Å)
μ :	4.96 cm ⁻¹
Diffractometer, scan mode:	Nonius KappaCCD, 360 frames, $\Delta\omega = 1^\circ$, 60 s/frame
$2\theta_{\text{max}}$:	51.34°
$N(hkl)_{\text{measured}}$, $N(hkl)_{\text{unique}}$:	20145, 20145
Criterion for I_{obs} , $N(hkl)_{\text{gt}}$:	$I_{\text{obs}} > 2 \sigma(I_{\text{obs}})$, 5615
$N(\text{param})_{\text{refined}}$:	1045
Programs:	SHELXS-97 [4], SHELXL-97 [5], SHELXTL-plus [6], PARST95 [7]

Table 2. Atomic coordinates and displacement parameters (in Å²).

Atom	Site	x	y	z	U_{iso}
H(12)	4e	0.2931	0.4085	0.1094	0.088
H(15)	4e	0.3962	0.0942	0.2276	0.111
H(11A)	4e	0.0833	0.4721	0.1256	0.189
H(11B)	4e	0.0884	0.3754	0.1353	0.189
H(11C)	4e	0.1090	0.4091	0.0942	0.189
H(11D)	4e	0.1802	0.5637	0.1270	0.215
H(11E)	4e	0.2177	0.5101	0.0966	0.215
H(11F)	4e	0.2473	0.5261	0.1393	0.215
H(11G)	4e	0.1442	0.4980	0.1885	0.246
H(11H)	4e	0.2130	0.4608	0.1957	0.246
H(11I)	4e	0.1534	0.4010	0.1963	0.246
H(12A)	4e	0.3653	0.2297	0.0456	0.201
H(12B)	4e	0.3888	0.1667	0.0788	0.201
H(12C)	4e	0.4383	0.2220	0.0569	0.201
H(12D)	4e	0.4008	0.4210	0.0980	0.174
H(12E)	4e	0.3721	0.3877	0.0574	0.174

* Correspondence author

(e-mail: uch002@uxpl.hrz.uni-dortmund.de)

Table 2. Continued.

Atom	Site	x	y	z	U _{iso}
H(12F)	4e	0.4452	0.3770	0.0679	0.174
H(12G)	4e	0.4407	0.3153	0.1513	0.239
H(12H)	4e	0.4843	0.2747	0.1199	0.239
H(12I)	4e	0.4364	0.2182	0.1425	0.239
H(13A)	4e	0.4539	0.2521	0.2346	0.541
H(13B)	4e	0.4481	0.1779	0.2650	0.541
H(13C)	4e	0.4522	0.2715	0.2800	0.541
H(13D)	4e	0.3642	0.3464	0.2245	0.462
H(13E)	4e	0.3670	0.3617	0.2703	0.462
H(13F)	4e	0.3024	0.3362	0.2486	0.462
H(13G)	4e	0.3486	0.1566	0.2980	0.254
H(13H)	4e	0.2915	0.2199	0.2921	0.254
H(13I)	4e	0.3548	0.2490	0.3143	0.254
H(14A)	4e	0.4259	0.0197	0.1364	0.266
H(14B)	4e	0.3605	-0.0042	0.1152	0.266
H(14C)	4e	0.4102	-0.0750	0.1265	0.266
H(14D)	4e	0.4496	-0.0130	0.2035	0.257
H(14E)	4e	0.4372	-0.1084	0.1934	0.257
H(14F)	4e	0.4024	-0.0659	0.2284	0.257
H(14G)	4e	0.2939	-0.1027	0.1980	0.315
H(14H)	4e	0.3285	-0.1500	0.1642	0.315
H(14I)	4e	0.2783	-0.0793	0.1536	0.315
H(22)	4e	-0.0555	0.8937	0.1504	0.107
H(25)	4e	-0.1506	0.6107	0.0153	0.089
H(21A)	4e	0.1316	0.8977	0.1580	0.229
H(21B)	4e	0.1525	0.9739	0.1319	0.229
H(21C)	4e	0.1468	0.8831	0.1135	0.229
H(21D)	4e	0.0368	0.9770	0.1751	0.282
H(21E)	4e	-0.0120	1.0101	0.1423	0.282
H(21F)	4e	0.0553	1.0526	0.1479	0.282
H(21G)	4e	0.0764	1.0299	0.0799	0.289
H(21H)	4e	0.0079	0.9909	0.0742	0.289
H(21I)	4e	0.0675	0.9403	0.0607	0.289
H(22A)	4e	-0.1173	0.7898	0.2042	0.587
H(22B)	4e	-0.1268	0.6954	0.1912	0.587
H(22C)	4e	-0.1861	0.7508	0.2008	0.587
H(22D)	4e	-0.1900	0.8781	0.1226	0.448
H(22E)	4e	-0.1583	0.9013	0.1640	0.448
H(22F)	4e	-0.2246	0.8552	0.1614	0.448
H(22G)	4e	-0.1981	0.7337	0.1018	0.474
H(22H)	4e	-0.2364	0.7212	0.1402	0.474
H(22I)	4e	-0.1794	0.6609	0.1315	0.474
H(23A)	4e	-0.1986	0.6957	-0.0289	0.287
H(23B)	4e	-0.2108	0.7919	-0.0372	0.287
H(23C)	4e	-0.2202	0.7550	0.0052	0.287
H(23D)	4e	-0.1422	0.8973	-0.0088	0.304
H(23E)	4e	-0.0772	0.8754	0.0134	0.304
H(23F)	4e	-0.1416	0.8614	0.0344	0.304
H(23G)	4e	-0.0843	0.7133	-0.0554	0.194
H(23H)	4e	-0.0389	0.7815	-0.0358	0.194
H(23I)	4e	-0.0978	0.8097	-0.0627	0.194
H(24A)	4e	-0.0866	0.4633	0.1093	0.273
H(24B)	4e	-0.1365	0.3959	0.0941	0.273
H(24C)	4e	-0.1580	0.4895	0.1009	0.273
H(24D)	4e	-0.1576	0.4693	-0.0022	0.241
H(24E)	4e	-0.2021	0.4938	0.0322	0.241
H(24F)	4e	-0.1802	0.3998	0.0272	0.241
H(24G)	4e	-0.0433	0.4254	0.0113	0.212
H(24H)	4e	-0.0639	0.3565	0.0415	0.212
H(24I)	4e	-0.0145	0.4264	0.0548	0.212
H(32)	4e	0.7960	0.1977	-0.0140	0.099
H(35)	4e	0.6250	-0.0028	0.1246	0.106
H(31A)	4e	0.6692	0.3946	-0.0749	0.166
H(31B)	4e	0.7164	0.4074	-0.0382	0.166
H(31C)	4e	0.6442	0.3875	-0.0319	0.166
H(31D)	4e	0.7561	0.2036	-0.0778	0.194
H(31E)	4e	0.7847	0.2938	-0.0698	0.194
H(31F)	4e	0.7321	0.2807	-0.1035	0.194

Table 2. Continued.

Atom	Site	x	y	z	U _{iso}
H(31G)	4e	0.6366	0.1708	-0.0615	0.146
H(31H)	4e	0.6133	0.2494	-0.0864	0.146
H(31I)	4e	0.5969	0.2421	-0.0417	0.146
H(32A)	4e	0.8989	0.2380	0.0697	0.255
H(32B)	4e	0.9249	0.1532	0.0881	0.255
H(32C)	4e	0.8656	0.1978	0.1058	0.255
H(32D)	4e	0.8031	0.0255	0.0525	0.356
H(32E)	4e	0.8076	0.0650	0.0950	0.356
H(32F)	4e	0.8686	0.0266	0.0766	0.356
H(32G)	4e	0.8995	0.1816	0.0086	0.295
H(32H)	4e	0.8701	0.0925	-0.0009	0.295
H(32I)	4e	0.9290	0.1007	0.0289	0.295
H(33A)	4e	0.6563	-0.1428	0.0453	0.195
H(33B)	4e	0.6548	-0.1069	0.0884	0.195
H(33C)	4e	0.7064	-0.0748	0.0597	0.195
H(33D)	4e	0.5357	-0.0985	0.0340	0.198
H(33E)	4e	0.5156	-0.0049	0.0422	0.198
H(33F)	4e	0.5370	-0.0640	0.0775	0.198
H(33G)	4e	0.6238	-0.0511	-0.0129	0.183
H(33H)	4e	0.6758	0.0143	0.0017	0.183
H(33I)	4e	0.6052	0.0439	-0.0070	0.183
H(34A)	4e	0.7065	0.1574	0.2274	0.210
H(34B)	4e	0.7025	0.2176	0.1905	0.210
H(34C)	4e	0.7424	0.1339	0.1891	0.210
H(34D)	4e	0.5859	0.1542	0.2269	0.180
H(34E)	4e	0.5463	0.1292	0.1883	0.180
H(34F)	4e	0.5842	0.2146	0.1901	0.180
H(34G)	4e	0.6437	0.0153	0.2252	0.236
H(34H)	4e	0.6782	-0.0130	0.1872	0.236
H(34I)	4e	0.6035	-0.0092	0.1868	0.236
H(42)	4e	0.4620	-0.3177	0.2649	0.094
H(45)	4e	0.6321	-0.4974	0.1228	0.105
H(41A)	4e	0.5558	-0.0852	0.3136	0.194
H(41B)	4e	0.5000	-0.0980	0.2819	0.194
H(41C)	4e	0.5701	-0.0857	0.2685	0.194
H(41D)	4e	0.5250	-0.2230	0.3484	0.155
H(41E)	4e	0.5178	-0.3078	0.3246	0.155
H(41F)	4e	0.4683	-0.2346	0.3172	0.155
H(41G)	4e	0.6387	-0.2014	0.3265	0.206
H(41H)	4e	0.6536	-0.1996	0.2815	0.206
H(41I)	4e	0.6366	-0.2853	0.3018	0.206
H(42A)	4e	0.3445	-0.3144	0.2266	0.251
H(42B)	4e	0.3092	-0.3809	0.1992	0.251
H(42C)	4e	0.3434	-0.3033	0.1805	0.251
H(42D)	4e	0.3784	-0.4813	0.1585	0.240
H(42E)	4e	0.4530	-0.4770	0.1635	0.240
H(42F)	4e	0.4155	-0.4052	0.1406	0.240
H(42G)	4e	0.4072	-0.4275	0.2583	0.206
H(42H)	4e	0.4489	-0.4897	0.2342	0.206
H(42I)	4e	0.3742	-0.4957	0.2308	0.206
H(43A)	4e	0.6281	-0.6269	0.2102	0.218
H(43B)	4e	0.6171	-0.5994	0.1659	0.218
H(43C)	4e	0.5710	-0.5671	0.1980	0.218
H(43D)	4e	0.7426	-0.5714	0.2071	0.294
H(43E)	4e	0.7533	-0.4781	0.1933	0.294
H(43F)	4e	0.7272	-0.5459	0.1630	0.294
H(43G)	4e	0.6675	-0.5266	0.2599	0.242
H(43H)	4e	0.6088	-0.4686	0.2489	0.242
H(43I)	4e	0.6781	-0.4314	0.2490	0.242
H(44A)	4e	0.5495	-0.2908	0.0523	0.329
H(44B)	4e	0.5039	-0.3693	0.0525	0.329
H(44C)	4e	0.5451	-0.3517	0.0157	0.329
H(44D)	4e	0.6598	-0.3032	0.0503	0.393
H(44E)	4e	0.6530	-0.3677	0.0152	0.393
H(44F)	4e	0.6937	-0.3914	0.0535	0.393
H(44G)	4e	0.6284	-0.5174	0.0634	0.489
H(44H)	4e	0.5950	-0.4927	0.0227	0.489
H(44I)	4e	0.5538	-0.5116	0.0593	0.489

Table 3. Atomic coordinates and displacement parameters (in Å²).

Atom	Site	x	y	z	U ₁₁	U ₂₂	U ₃₃	U ₁₂	U ₁₃	U ₂₃
Mo(1)	4e	0.21765(3)	0.16882(3)	0.15600(2)	0.0593(5)	0.0421(4)	0.0882(6)	-0.0007(4)	-0.0007(5)	0.0111(4)
O(11)	4e	0.1926(2)	0.2917(2)	0.1505(1)	0.066(3)	0.031(2)	0.114(4)	-0.004(2)	0.017(3)	0.015(3)
O(12)	4e	0.1865(2)	0.1320(2)	0.1120(1)	0.109(4)	0.062(3)	0.080(4)	-0.013(3)	-0.022(3)	-0.004(3)
O(13)	4e	0.3060(2)	0.2164(3)	0.1287(1)	0.065(4)	0.053(3)	0.109(5)	-0.010(3)	0.033(3)	-0.002(3)
O(14)	4e	0.2797(2)	0.2139(2)	0.2057(2)	0.075(4)	0.048(3)	0.111(4)	0.010(3)	-0.017(3)	-0.018(3)
O(15)	4e	0.1559(2)	0.1469(2)	0.1870(1)	0.072(3)	0.079(3)	0.112(4)	-0.005(3)	0.028(3)	0.015(3)
O(16)	4e	0.2755(2)	0.0681(2)	0.1655(1)	0.077(3)	0.041(2)	0.075(4)	0.006(2)	-0.023(3)	0.001(2)
C(11)	4e	0.2197(3)	0.3566(4)	0.1357(2)	0.042(5)	0.040(4)	0.080(6)	0.000(4)	-0.004(5)	-0.012(4)
C(12)	4e	0.2793(3)	0.3570(3)	0.1192(2)	0.051(5)	0.030(4)	0.095(6)	0.006(4)	0.013(5)	0.011(4)
C(13)	4e	0.3218(3)	0.2875(4)	0.1157(2)	0.046(5)	0.062(5)	0.058(6)	-0.019(4)	0.008(4)	-0.004(4)
C(14)	4e	0.3310(3)	0.1870(4)	0.2214(2)	0.063(6)	0.059(5)	0.069(6)	-0.017(5)	0.010(5)	-0.010(5)
C(15)	4e	0.3587(3)	0.1097(5)	0.2138(2)	0.065(6)	0.079(6)	0.077(7)	0.006(5)	-0.021(5)	-0.011(5)
C(16)	4e	0.3316(3)	0.0551(4)	0.1860(2)	0.066(6)	0.063(5)	0.058(6)	0.013(4)	0.006(5)	0.022(4)
C(111)	4e	0.1758(3)	0.4348(4)	0.1389(2)	0.076(6)	0.042(4)	0.097(7)	0.007(4)	0.029(5)	0.009(4)
C(112)	4e	0.1078(3)	0.4216(3)	0.1219(2)	0.069(6)	0.042(4)	0.26(1)	0.010(4)	-0.048(7)	-0.013(5)
C(113)	4e	0.2084(3)	0.5165(4)	0.1240(3)	0.099(7)	0.068(5)	0.27(1)	0.038(5)	0.057(7)	0.063(6)
C(114)	4e	0.1711(4)	0.4501(5)	0.1842(3)	0.25(1)	0.126(8)	0.116(9)	0.061(7)	0.043(8)	-0.031(7)
C(121)	4e	0.3899(4)	0.2901(4)	0.0977(2)	0.066(6)	0.066(5)	0.064(6)	-0.001(4)	0.024(5)	0.013(4)
C(122)	4e	0.3962(3)	0.2207(4)	0.0669(2)	0.148(8)	0.098(6)	0.161(9)	-0.064(5)	0.073(7)	-0.099(6)
C(123)	4e	0.4033(3)	0.3773(4)	0.0784(2)	0.112(7)	0.128(7)	0.114(8)	0.009(5)	0.068(6)	0.021(6)
C(124)	4e	0.4430(3)	0.2729(5)	0.1311(2)	0.054(6)	0.33(1)	0.092(7)	0.018(6)	0.019(5)	0.092(8)
C(131)	4e	0.3625(4)	0.2422(5)	0.2556(2)	0.110(7)	0.075(6)	0.054(6)	-0.016(5)	0.010(5)	-0.023(5)
C(132)	4e	0.4361(5)	0.2353(9)	0.2592(4)	0.055(7)	0.63(3)	0.39(2)	-0.06(1)	0.02(1)	-0.42(2)
C(133)	4e	0.3478(7)	0.3286(5)	0.2493(3)	0.69(3)	0.071(7)	0.14(1)	-0.15(1)	-0.19(1)	0.024(7)
C(134)	4e	0.3372(5)	0.2145(5)	0.2932(2)	0.30(1)	0.145(8)	0.064(8)	-0.077(8)	-0.011(9)	-0.012(6)
C(141)	4e	0.3632(4)	-0.0320(4)	0.1741(2)	0.096(7)	0.057(5)	0.081(7)	0.030(5)	-0.009(6)	0.004(5)
C(142)	4e	0.3926(5)	-0.0220(5)	0.1344(3)	0.30(1)	0.117(8)	0.12(1)	0.067(8)	0.03(1)	-0.003(7)
C(143)	4e	0.4182(4)	-0.0572(5)	0.2025(2)	0.170(9)	0.181(9)	0.16(1)	0.134(8)	-0.056(8)	-0.042(7)
C(144)	4e	0.3113(4)	-0.0968(4)	0.1723(3)	0.117(8)	0.037(5)	0.47(2)	-0.003(5)	-0.05(1)	0.010(7)
Mo(2)	4e	0.02652(3)	0.67897(3)	0.08634(2)	0.0585(5)	0.0509(4)	0.0895(6)	0.0073(4)	-0.0147(5)	-0.0211(4)
O(21)	4e	0.0454(2)	0.7997(3)	0.0987(1)	0.049(3)	0.062(3)	0.100(4)	-0.018(2)	0.025(3)	-0.035(3)
O(22)	4e	0.0573(2)	0.6349(2)	0.1288(1)	0.122(4)	0.076(3)	0.099(4)	0.024(3)	-0.051(4)	-0.017(3)
O(23)	4e	-0.0635(2)	0.7107(3)	0.1166(2)	0.066(4)	0.053(3)	0.115(5)	-0.008(3)	0.017(3)	-0.010(3)
O(24)	4e	-0.0384(2)	0.7351(2)	0.0404(1)	0.087(4)	0.040(3)	0.088(4)	0.000(3)	-0.023(3)	0.009(3)
O(25)	4e	0.0889(2)	0.6703(3)	0.0541(1)	0.074(3)	0.095(3)	0.110(4)	0.011(3)	0.016(3)	-0.041(3)
O(26)	4e	-0.0268(2)	0.5787(2)	0.0708(1)	0.073(4)	0.033(2)	0.102(4)	-0.001(2)	-0.035(3)	-0.004(2)
C(21)	4e	0.0184(3)	0.8577(4)	0.1194(2)	0.048(5)	0.058(5)	0.051(6)	0.007(4)	-0.013(4)	-0.007(4)
C(22)	4e	-0.0411(4)	0.8481(4)	0.1359(2)	0.066(6)	0.058(5)	0.091(6)	-0.013(4)	0.011(5)	-0.032(4)
C(23)	4e	-0.0818(4)	0.7775(5)	0.1332(2)	0.062(6)	0.070(5)	0.052(6)	0.000(5)	-0.003(5)	-0.002(4)
C(24)	4e	-0.0895(3)	0.7080(4)	0.0221(2)	0.075(6)	0.049(5)	0.059(6)	-0.006(4)	-0.008(5)	0.003(4)
C(25)	4e	-0.1119(3)	0.6258(4)	0.0278(2)	0.052(5)	0.057(4)	0.068(6)	-0.006(4)	-0.017(4)	0.009(4)
C(26)	4e	-0.0803(3)	0.5660(4)	0.0504(2)	0.075(6)	0.037(4)	0.061(6)	-0.005(4)	0.007(5)	-0.010(4)
C(211)	4e	0.0589(3)	0.9391(4)	0.1198(2)	0.066(6)	0.041(4)	0.082(7)	-0.021(4)	-0.007(5)	-0.008(4)
C(212)	4e	0.1290(3)	0.9219(4)	0.1319(3)	0.067(6)	0.071(5)	0.31(1)	-0.020(5)	-0.080(7)	0.019(7)
C(213)	4e	0.0324(4)	1.0002(5)	0.1489(3)	0.20(1)	0.114(7)	0.25(1)	-0.085(7)	0.090(9)	-0.115(8)
C(214)	4e	0.0521(5)	0.9785(5)	0.0801(3)	0.33(1)	0.130(8)	0.110(9)	-0.148(8)	-0.043(9)	0.041(7)
C(221)	4e	-0.1503(4)	0.7759(5)	0.1510(3)	0.062(6)	0.075(5)	0.109(8)	0.006(5)	0.031(6)	-0.005(5)
C(222)	4e	-0.1447(5)	0.751(1)	0.1896(4)	0.14(1)	0.88(4)	0.17(1)	0.04(2)	0.08(1)	0.30(2)
C(223)	4e	-0.1838(4)	0.8603(6)	0.1496(4)	0.112(9)	0.132(9)	0.67(3)	-0.006(7)	0.20(1)	-0.02(1)
C(224)	4e	-0.1950(4)	0.7178(8)	0.1292(4)	0.088(8)	0.46(2)	0.41(2)	-0.12(1)	0.10(1)	-0.35(2)
C(231)	4e	-0.1249(4)	0.7708(4)	-0.0066(2)	0.070(6)	0.069(5)	0.075(6)	0.011(4)	0.000(5)	0.035(5)
C(232)	4e	-0.1952(4)	0.7515(5)	-0.0180(3)	0.076(7)	0.21(1)	0.28(1)	-0.010(6)	-0.055(8)	0.168(9)
C(233)	4e	-0.1211(4)	0.8592(4)	0.0095(2)	0.35(2)	0.064(6)	0.18(1)	0.090(7)	-0.12(1)	-0.024(6)
C(234)	4e	-0.0823(4)	0.7686(5)	-0.0437(2)	0.130(8)	0.158(8)	0.099(8)	0.014(6)	0.015(7)	0.048(7)
C(241)	4e	-0.1097(4)	0.4747(4)	0.0515(2)	0.109(7)	0.038(4)	0.074(6)	-0.008(4)	0.004(5)	0.012(4)
C(242)	4e	-0.1239(5)	0.4541(5)	0.0925(2)	0.35(2)	0.101(7)	0.094(9)	-0.080(8)	0.043(9)	0.012(6)
C(243)	4e	-0.1677(4)	0.4578(4)	0.0247(2)	0.154(8)	0.073(5)	0.25(1)	-0.067(5)	-0.119(9)	-0.001(6)
C(244)	4e	-0.0520(4)	0.4147(4)	0.0384(2)	0.165(9)	0.068(5)	0.19(1)	-0.025(6)	0.019(7)	-0.044(6)
Mo(3)	4e	0.64978(3)	0.25661(4)	0.07540(2)	0.0974(6)	0.0520(4)	0.0799(6)	0.0139(4)	0.0360(5)	0.0102(4)
O(31)	4e	0.6669(2)	0.2781(2)	0.0187(1)	0.082(4)	0.075(3)	0.060(4)	0.028(3)	0.028(3)	0.029(3)
O(32)	4e	0.6822(2)	0.3462(2)	0.0953(1)	0.164(5)	0.044(3)	0.102(4)	0.008(3)	0.029(4)	0.000(3)
O(33)	4e	0.7481(2)	0.2016(3)	0.0730(1)	0.094(4)	0.063(3)	0.065(4)	0.019(3)	0.016(3)	-0.005(3)
O(34)	4e	0.6313(2)	0.1251(3)	0.0543(1)	0.135(5)	0.058(3)	0.059(4)	0.002(3)	0.002(3)	0.007(3)
O(35)	4e	0.5685(2)	0.2808(3)	0.0686(1)	0.088(4)	0.131(4)	0.129(5)	0.048(3)	0.044(3)	0.050(3)
O(36)	4e	0.6489(2)	0.1949(3)	0.1272(1)	0.154(5)	0.064(3)	0.054(4)	-0.006(3)	0.041(3)	0.007(3)
C(31)	4e	0.7107(4)	0.2560(4)	-0.0056(2)	0.065(6)	0.054(5)	0.053(6)	-0.002(4)	0.005(5)	0.007(4)
C(32)	4e	0.7678(3)	0.2111(4)	0.0056(2)	0.060(6)	0.069(5)	0.069(7)	0.006(4)	0.008(5)	-0.011(4)
C(33)	4e	0.7833(3)	0.1862(4)	0.0445(3)	0.058(6)	0.034(4)	0.087(8)	0.006(4)	-0.019(6)	0.002(5)

Table 3. Continued.

Atom	Site	x	y	z	U ₁₁	U ₂₂	U ₃₃	U ₁₂	U ₁₃	U ₂₃
C(34)	4e	0.6294(3)	0.0563(4)	0.0727(3)	0.083(6)	0.048(5)	0.091(8)	0.015(4)	-0.004(6)	0.020(5)
C(35)	4e	0.6309(3)	0.0502(4)	0.1134(2)	0.123(7)	0.044(5)	0.044(6)	-0.014(4)	-0.011(5)	0.002(4)
C(36)	4e	0.6403(3)	0.1162(5)	0.1376(3)	0.063(5)	0.071(6)	0.077(8)	0.008(5)	0.025(5)	0.034(6)
C(311)	4e	0.6948(4)	0.2804(5)	-0.0480(2)	0.070(6)	0.083(6)	0.066(7)	-0.006(5)	-0.001(5)	-0.001(5)
C(312)	4e	0.6797(3)	0.3767(4)	-0.0483(2)	0.170(8)	0.076(6)	0.085(7)	-0.030(5)	-0.011(6)	0.014(5)
C(313)	4e	0.7468(4)	0.2630(5)	-0.0775(2)	0.112(7)	0.23(1)	0.051(6)	0.046(7)	0.019(6)	0.017(6)
C(314)	4e	0.6285(3)	0.2305(4)	-0.0607(2)	0.101(7)	0.100(6)	0.090(6)	-0.009(5)	-0.008(5)	0.002(5)
C(321)	4e	0.8440(4)	0.1374(4)	0.0544(2)	0.083(7)	0.056(5)	0.084(7)	-0.003(5)	-0.012(5)	-0.009(4)
C(322)	4e	0.8872(4)	0.1859(5)	0.0819(3)	0.136(8)	0.122(7)	0.24(1)	0.045(6)	-0.089(8)	-0.061(8)
C(323)	4e	0.8297(4)	0.0570(5)	0.0710(3)	0.072(7)	0.122(8)	0.52(2)	0.016(6)	0.02(1)	0.15(1)
C(324)	4e	0.8901(4)	0.1270(6)	0.0193(3)	0.127(9)	0.30(2)	0.16(1)	0.121(9)	0.000(8)	-0.00(1)
C(331)	4e	0.6159(4)	-0.0203(4)	0.0463(2)	0.101(7)	0.055(5)	0.075(7)	-0.007(5)	-0.010(6)	-0.002(5)
C(332)	4e	0.6630(4)	-0.0934(4)	0.0614(2)	0.183(9)	0.084(6)	0.123(8)	-0.044(6)	0.019(7)	-0.033(6)
C(333)	4e	0.5439(3)	-0.0499(4)	0.0504(2)	0.110(7)	0.117(7)	0.166(9)	-0.045(6)	-0.023(7)	0.011(6)
C(334)	4e	0.6317(4)	-0.0016(4)	0.0029(2)	0.20(1)	0.091(6)	0.076(7)	-0.023(6)	0.002(7)	0.003(5)
C(341)	4e	0.6441(4)	0.1111(4)	0.1825(2)	0.105(7)	0.075(6)	0.054(7)	0.003(5)	0.026(6)	0.014(5)
C(342)	4e	0.7048(4)	0.1597(5)	0.1990(2)	0.164(9)	0.143(7)	0.111(8)	-0.076(7)	-0.035(7)	-0.008(6)
C(343)	4e	0.5844(4)	0.1567(5)	0.1985(2)	0.134(8)	0.162(8)	0.064(6)	0.015(7)	0.016(6)	0.014(6)
C(344)	4e	0.6422(4)	0.0169(4)	0.1968(2)	0.30(1)	0.091(7)	0.080(8)	-0.012(7)	-0.006(8)	0.036(5)
Mo(4)	4e	0.58673(3)	-0.24141(3)	0.16602(2)	0.0902(6)	0.0476(4)	0.0775(6)	0.0015(4)	0.0346(5)	-0.0008(4)
O(41)	4e	0.5729(2)	-0.2181(2)	0.2226(1)	0.082(4)	0.063(3)	0.074(4)	-0.023(3)	0.030(3)	-0.019(3)
O(42)	4e	0.5396(2)	-0.1641(2)	0.1449(1)	0.147(4)	0.061(3)	0.091(4)	0.046(3)	0.038(3)	0.013(3)
O(43)	4e	0.4975(2)	-0.3160(3)	0.1753(1)	0.099(4)	0.089(4)	0.051(4)	-0.035(3)	0.014(3)	-0.015(3)
O(44)	4e	0.6243(2)	-0.3610(3)	0.1893(1)	0.122(4)	0.058(3)	0.064(4)	0.012(3)	-0.008(3)	-0.002(3)
O(45)	4e	0.6644(2)	-0.2019(3)	0.1676(2)	0.093(4)	0.104(4)	0.146(5)	-0.027(3)	0.064(4)	-0.022(3)
O(46)	4e	0.5904(2)	-0.3075(3)	0.1162(1)	0.140(4)	0.053(3)	0.057(4)	0.029(3)	0.030(3)	0.008(3)
C(41)	4e	0.5363(3)	-0.2456(4)	0.2501(2)	0.063(6)	0.049(5)	0.040(6)	0.010(4)	-0.007(5)	-0.006(4)
C(42)	4e	0.4855(3)	-0.3018(4)	0.2434(2)	0.071(5)	0.077(5)	0.041(5)	-0.018(4)	0.005(4)	-0.010(4)
C(43)	4e	0.4676(3)	-0.3362(4)	0.2056(2)	0.067(6)	0.053(4)	0.062(6)	0.004(4)	0.010(5)	-0.002(5)
C(44)	4e	0.6323(3)	-0.4333(4)	0.1732(3)	0.084(6)	0.056(5)	0.078(7)	0.005(4)	0.003(5)	0.001(5)
C(45)	4e	0.6233(3)	-0.4439(4)	0.1325(2)	0.113(7)	0.038(4)	0.058(6)	-0.004(4)	-0.004(5)	-0.011(4)
C(46)	4e	0.6032(3)	-0.3854(4)	0.1052(3)	0.073(6)	0.045(5)	0.068(7)	-0.003(4)	0.009(5)	0.002(5)
C(411)	4e	0.5550(4)	-0.2104(5)	0.2902(2)	0.071(6)	0.100(6)	0.047(6)	0.000(5)	0.005(5)	-0.014(5)
C(412)	4e	0.5441(4)	-0.1096(4)	0.2884(2)	0.22(1)	0.077(6)	0.088(7)	-0.017(6)	-0.011(6)	-0.039(5)
C(413)	4e	0.5124(4)	-0.2476(4)	0.3233(2)	0.131(8)	0.127(7)	0.051(6)	0.007(6)	-0.005(6)	-0.015(5)
C(414)	4e	0.6282(4)	-0.2257(5)	0.3011(2)	0.090(7)	0.203(9)	0.115(8)	0.026(6)	-0.043(6)	-0.031(6)
C(421)	4e	0.4089(4)	-0.3966(4)	0.2000(2)	0.084(6)	0.069(5)	0.066(6)	-0.045(5)	0.012(5)	-0.028(5)
C(422)	4e	0.3453(3)	-0.3436(5)	0.2018(3)	0.065(6)	0.118(7)	0.31(1)	0.000(6)	-0.047(7)	-0.065(8)
C(423)	4e	0.4145(4)	-0.4443(5)	0.1623(2)	0.165(9)	0.20(1)	0.114(8)	-0.075(7)	0.049(7)	-0.095(8)
C(424)	4e	0.4099(4)	-0.4579(4)	0.2339(2)	0.182(9)	0.076(5)	0.152(9)	-0.070(6)	-0.010(7)	0.027(6)
C(431)	4e	0.6572(5)	-0.5047(4)	0.2004(3)	0.145(9)	0.046(5)	0.086(8)	0.001(5)	-0.035(7)	0.011(5)
C(432)	4e	0.6144(4)	-0.5817(4)	0.1929(2)	0.25(1)	0.076(6)	0.104(8)	0.004(7)	-0.044(7)	0.040(5)
C(433)	4e	0.7267(4)	-0.5272(5)	0.1900(3)	0.136(9)	0.19(1)	0.26(1)	0.102(8)	-0.009(9)	0.124(9)
C(434)	4e	0.6525(4)	-0.4806(4)	0.2435(2)	0.31(1)	0.090(6)	0.080(8)	0.051(7)	-0.042(8)	0.013(6)
C(441)	4e	0.5962(4)	-0.4002(5)	0.0619(2)	0.110(7)	0.076(5)	0.039(6)	0.013(5)	0.003(5)	-0.012(5)
C(442)	4e	0.5441(5)	-0.3485(6)	0.0440(2)	0.27(1)	0.27(1)	0.108(9)	0.19(1)	-0.100(9)	-0.075(8)
C(443)	4e	0.6564(5)	-0.3620(8)	0.0435(3)	0.24(1)	0.45(2)	0.11(1)	-0.17(1)	0.076(9)	-0.07(1)
C(444)	4e	0.5931(7)	-0.4877(6)	0.0509(2)	0.83(3)	0.094(8)	0.046(7)	0.10(1)	-0.06(1)	-0.034(6)

References

- Gach, F.: Zur Kenntnis des Acetylacetons. *Monatsh.* **21** (1900) 98-117.
- Cahill, P. J.; Satek, L. C.: Gasoline Compositions Containing Hexavalent Molybdenum. Amoco Corp., US Patent (1987) 4, 647, 293.
- Kojic-Prodic, B.; Toros, Z. R.; Grdenic, D.; Golic, L.: The Crystal Structure of Dioxobis-(1,3-diphenylpropanedionato)molybdenum (IV). *Acta Crystallogr. B* **30** (1974) 300-305.
- Sheldrick, G. M.: Phase Annealing in SHELXS-90: Direct Methods for Larger Structures. *Acta Crystallogr. A* **46** (1990) 467-473.
- Sheldrick, G. M.: SHELXL-97. Program for the Refinement of Crystal Structures, University of Göttingen, Germany 1997.
- Sheldrick, G. M.: SHELXTL-Plus. Release 4.1 Siemens Analytical X-ray Instruments Inc., Madison, Wisconsin, USA 1991.
- Nardelli, M.: PARST95 - an update of PARST: A system of Fortran routines for calculating molecular structure parameters from the results of crystal structure analyses. *J. Appl. Crystallogr.* **28** (1995) 659.